

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): YAMAKAWA, et al.  
Serial No.: Not yet assigned  
Filed: February 4, 2004  
Title: CHEMICAL ANALYSIS APPARATUS  
Group: Not yet assigned

LETTER CLAIMING RIGHT OF PRIORITY

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

February 4, 2004

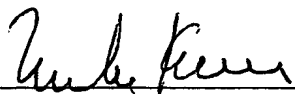
Sir:

Under the provisions of 35 USC 119 and 37 CFR 1.55, the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on Japanese Patent Application No.(s) 2003-027752, filed February 5, 2003.

A certified copy of said Japanese Application is attached.

Respectfully submitted,

ANTONELLI, TERRY, STOUT & KRAUS, LLP

  
\_\_\_\_\_  
Melvin Kraus  
Registration No. 22,466

MK/alb  
Attachment  
(703) 312-6600

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

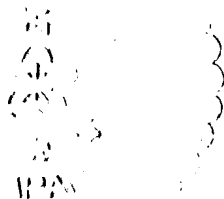
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年    2 月    5 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 0 2 7 7 5 2  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 3 - 0 2 7 7 5 2 ]

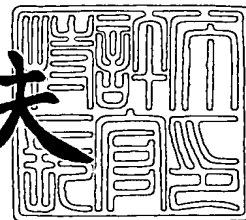
出      願      人                      株式会社日立ハイテクノロジーズ  
Applicant(s):



2 0 0 3 年 1 2 月 2 5 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 3 - 3 1 0 7 4 1 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 1502007051

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G01N 35/10

【発明者】

    【住所又は居所】 茨城県土浦市神立町 5 0 2 番地 株式会社 日立製作所  
                                機械研究所内

    【氏名】 山川 寛展

【発明者】

    【住所又は居所】 茨城県土浦市神立町 5 0 2 番地 株式会社 日立製作所  
                                機械研究所内

    【氏名】 榎 英雄

【発明者】

    【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字市毛 8 8 2 番地 株式会社 日  
                                立ハイテクノロジーズ 設計・製造統括本部 那珂事業  
                                所内

    【氏名】 山崎 功夫

【特許出願人】

    【識別番号】 501387839

    【氏名又は名称】 株式会社 日立ハイテクノロジーズ

【代理人】

    【識別番号】 100075096

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 作田 康夫

    【電話番号】 03-3212-1111

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 化学分析装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試薬液を備える試薬容器と、試料液を備える試料容器と、前記試薬及び前記試料が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、  
前記試薬供給機構或いは前記試料供給機構の少なくとも一方は、液を吸排するプローブ部と、  
前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料容器と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続されるポンプと、を有し、  
前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管に、前記プローブアーム部における前記配管の断面積より小さい断面積を有する細部領域を有することを特徴とする化学分析装置。

【請求項 2】

試薬液を備える試薬容器と、試料液を備える試料容器と、前記試薬及び前記試料が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、  
前記試薬供給機構或は前記試料供給機構の少なくとも一方は、液を吸排するプローブ部と、  
前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料容器と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経由して配置された配管が接続されるポンプと、を有し、  
前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に、前記プローブアーム部における前記配管の流路抵抗より大きい流路抵抗を有する高抵抗部を有することを特徴とする化学分析装置。

【請求項 3】

試薬液を備える試薬容器と、試料液を備える試料容器と、前記試薬及び前記試料

が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、前記試薬供給機構或は前記試料供給機構の少なくとも一方は、液を吸排するプローブ部と、前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料供給部と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続されるポンプと、を有し、前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管に、前記プローブアーム部における前記配管の断面積より大きい断面積を有する拡大領域を有することを特徴とする化学分析装置。

**【請求項 4】**

試薬液を備える試薬容器と、試料液を備える試料容器と、前記試薬及び前記試料が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、前記試薬供給機構或は前記試料供給機構の少なくとも一方は、試薬を吸排するプローブ部と、前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料容器と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続されるポンプと、を有し、前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管に、前記プローブより引張弾性率が低く、引張弾性率が $100 \sim 3000 \text{ kgf/cm}^2$ の範囲の剛性を有する材料から構成された弾性領域を有することを特徴とする分析装置。

**【請求項 5】**

請求項 1 において前記細部領域よりポンプ側に前記細部領域の断面積の大きい領域を備えることを特徴とする分析装置。

**【請求項 6】**

試薬液を備える試薬容器と、試料液を備える試料容器と、前記試薬及び前記試料が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、

前記試薬供給機構或は前記試料供給機構の少なくとも一方は、液を吸排するプローブ部と、

前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料容器と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続される第一のポンプと、

前記プローブアーム部の上流側の前記配管に分岐部を介して連絡する第二のポンプと、を備え、

前記第一の前記のポンプは前記第二のポンプより高い吐出分解能を有し、前記第二のポンプを駆動して前記プローブから第一の流量の液を供給し、前記第一のポンプを駆動して前記第一の流量より多い第二の流量の液を供給するよう制御されることを特徴とする分析装置。

#### 【請求項 7】

試薬液を備える試薬容器と、試料液を備える試料容器と、前記試薬及び前記試料が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、

前記試薬供給機構或は前記試料供給機構の少なくとも一方は、液を吸排するプローブ部と、

前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料容器と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続される第一のポンプと、

前記プローブアーム部の上流側の前記配管に分岐部を介して連絡される、前記第一のポンプより吐出分解能が低い第二のポンプと、を備え、

前記第二のポンプにより前記プローブから前記液の供給を開始した後に前記第一のポンプにより前記プローブから前記液の供給を開始するよう制御されることを特徴とする分析装置。

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は生体中に含まれる微量物質の分析に好適な化学分析装置に関する。

**【 0 0 0 2 】****【従来の技術】**

特開 2 0 0 0 - 1 2 1 6 4 9 に記載の装置は、吸引異常を検出しながら所定量の試料を分注する自動分注装置において、吸引圧力の変化により試料の吸引および吐出を行うノズル手段と、吸引圧力を検出する圧力検出手段と、吸引圧力の変化に影響する分注パラメータを基にして、試料の吸引開始から吸引終了までの吸引圧力の変化状態を示す吸引圧力曲線データを求める吸引圧力曲線データ算出手段と、圧力検出手段で検出された吸引圧力と、吸引圧力曲線データとを基にして吸引異常を検出する吸引異常検出手段とを有することを特徴とする自動分注装置である。

**【特許文献 1】**

特開 2 0 0 0 - 1 2 1 6 4 9 号公報

**【 0 0 0 3 】****【発明が解決しようとする課題】**

上記従来技術では、試料または試薬の微量液を吐出および吸引している間に時間的に圧力が変化することを考慮しているものの、吐出および吸引している最中の過渡的な状態、および定常的な状態での時々刻々において発生する問題について考慮されていない。

**【 0 0 0 4 】**

第1は吐出開始時点の過渡的な状態において、シリンジ内ピストン（以下、プランジャと呼ぶ）の往復運動の初期動作においてプランジャが急激に移動することによって水撃が発生し、液量が急増、急減することによって分注精度が低下すること、或いはまた、液量が急増、急減することによって液滴が飛散して装置を汚染することに対しての対策について述べられていない。

**【 0 0 0 5 】**

第2は吐出途中の定常的な状態において、パルスモータによって駆動されるプランジャは断続的に移動し、そのことによって生じる圧力及び流量の脈動によって分注精度が低下する、或いはまた、液滴が飛散して装置を汚染することに対しての対策について述べられていない。



## 【0006】

第3は吐出終了時の過渡的な状態において、プランジャが急停止するために吐出開始時と同様に水撃が発生して流量が急減し、液切れや分注量の不足によって分注精度が低下すること、或いはまた、液滴が飛散して装置を汚染することに対しての対策について述べられていない。

## 【0007】

そこで、本発明は、前記の少なくとも一つの課題の解決に寄与でき、液滴の飛散を抑制できる高分注精度の化学分析装置を提供することにある。

## 【0008】

## 【課題を解決するための手段】

前記課題を解決するために、本発明は、以下の形態を備えることを特徴とする

。

(1) 試薬液を備える試薬容器と、試料液を備える試料容器と、前記試薬及び前記試料が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、前記試薬供給機構或いは前記試料供給機構の少なくとも一方は、液を吸排するプローブ部と、前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料容器と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続されるポンプと、を有し、前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管に、前記プローブアーム部における前記配管の断面積より小さい断面積を有する細部領域を有することを特徴とする化学分析装置である。

(2) または、前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に、前記プローブアーム部における前記配管の流路抵抗より大きい流路抵抗を有する高抵抗部を有することを特徴とする化学分析装置である。

(3) または、前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管に、前記プローブアーム部における前記配管の断面積より大きい断面積を有する拡大領域を有することを特徴とする化学分析装置である。

(4) または、前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管

に、剛性が前記プローブアーム部における前記配管より小さくシリコン樹脂以上の材料から構成された低剛性領域を有することを特徴とする分析装置である。

(5) または、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続される第一のポンプと、

前記プローブアーム部の上流側の前記配管に分岐部を介して連絡する第二のポンプと、を備え、前記第一の前記のポンプは前記第二のポンプより高い吐出分解能を有し、前記第二のポンプを駆動して前記プローブから第一の流量の液を供給し、前記第一のポンプを駆動して前記第一の流量より多い第二の流量の液を供給するよう制御されることを特徴とする分析装置である。または、前記第二のポンプにより前記プローブから前記液の供給を開始した後に前記第一のポンプにより前記プローブから前記液の供給を開始するよう制御される。

#### 【0009】

以上のように示した形態により、従来技術の少なくとも一つの課題について解決に寄与することができる化学分析装置を提供することができる。

#### 【0010】

具体的には、例えば、試料および試薬の吐出開始時の水撃の影響を小さくして、分注精度の高い、さらに飛び散りを抑制した化学分析装置を提供することができる。

または、試料および試薬の吐出途中経過時における圧力および流量の脈動の影響を小さくして分注精度の高く、さらに飛び散りを抑制した化学分析装置を提供することができる。

または、試料および試薬の吐出終了時における水撃の影響を小さくして、分注精度の高い、さらに飛び散りを抑制した化学分析装置を提供することができる。

#### 【0011】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の第1の実施例を実施例を図面に基づいて説明する。なお、本発明は本明細書に開示した内容に限定されるのではなく、現在及び今後の周知事項に基く変更を阻止するものではない。

#### 【0012】

図1は、本化学分析装置における一実施例を示す概略図である。プローブ10はプローブアーム20に固定され、アーム回転棒21によって回転および上下運動する。プローブ10にはチューブ11を介してポンプとして例えばシリンジポンプ30が配管されている。チューブ11とシリンジポンプ30の接続部に径の細い管による抵抗部12を接続している。チューブ中には純水などのシステム水が作動流体として充填されている。プランジャ31をパルスモータ32によってベルトやラックーピニオンなどの伝達機構33を介して移動する。パルスモータ32はコントローラ112によって制御される。プローブによって分注される試薬や試料は測定容器102に吐出される。本実施例では、これに限定されないが、プローブは内径0.8mm、外径1.2mm、長さ20cm、材質は耐薬品性の良好なSUSである。チューブは耐薬品性の良好な内径1.5mm、外径2.3mm、長さ2mのポリフッ化エチレン（ポリテトラフルオロエチレン）製等の樹脂チューブであることができる。このように、プローブアーム20とシリンジポンプ30との間に位置する配管であるチューブ11に、プローブアーム20部における前記チューブ11の断面積より小さい断面積を有する細管などの抵抗部12を有している。

#### 【0013】

このように、チューブの途中に前記抵抗部を設けたことにより、ポンプの送液中に発生する脈動のエネルギーを抵抗部が散逸する効果がえられるため、吐出口での脈動を低減することができ、水撃+分注精度向上できる。

#### 【0014】

また、特にその細管がポンプからプローブ先端までの配管経路のうち上流側であることが好ましい。例えば、プローブアーム部とポンプとの間のような領域にすることによって、以下の3点の効果を 얻을ことができる、水撃の低減、および分注精度を向上することができる。

#### 【0015】

第1の効果として、前出のシリンジポンプが発生する脈動を低減することができる。シリンジポンプは、パルスモータによって駆動するため脈動が発生しやすい。プローブアーム部には通常、アームが駆動しやすいように一定の剛性を有す

る ポリフッ化エチレン（ポリテトラフルオロエチレン）製の樹脂チューブが用いられるが、高圧が加わるとチューブは変形し、シリンジポンプが発生する脈動を拡大する。また、チューブが変形している場合、シリンジポンプによるプローブから液を吸引、吐出するための圧力の一部が変形に費やされていることになる。したがって、シリンジポンプが発生する脈動が樹脂製チューブに入射する前に低減するほうが好ましい。

#### 【0016】

第2の効果として、脈動によって共振したときの影響を低減することができる。シリンジポンプからプローブまでの本分注装置の流体系がその構造上有する共振周波数に、シリンジポンプの脈動の周波数が一致した場合、その脈動の振幅が大きくなる。抵抗部12の設置場所がプローブ先端から脈動の波長の $1/4$ 倍の距離にあれば、脈動したときのプローブ先端の吐出口における振幅の大きさは小さくすることができ、さらにシリンジポンプ近くであれば流体系全体の共振の振幅を抑えることができる。脈動の波長は、流体系分注径全体の長さから容易に計算される。

#### 【0017】

第3の効果として、製造上の問題を回避できる。本分注系のプローブ、チューブ、シリンジポンプの各要素を液漏れがないように接続するとき、接続部の数は少ない方がよい。理由は、液漏れがないようにシール性を十分にしなければならぬ問題と、接続部が一般的な構造上から液が残ってしまったりしやすい問題があるためである。したがって、チューブ途中に設けるのは製造上、難しい。同様に、プローブ前に設置する場合は問題がある。なぜならば、吸引量が多くなると、プローブからチューブまで液が入り込む場合があるが、プローブの前に抵抗部があった場合、従来ならプローブとチューブの接続部のみを吸引した液が通過するが、プローブの前に抵抗部を設置した場合、プローブ、抵抗部、チューブの計2つの接続部を通過することになり、液が残りやすくなるためである。

#### 【0018】

また、抵抗部12が細管を備える場合、前記配管断面積と長さは、前記プローブアーム20におけるチューブ11断面積の $99/100$ 以下で、長さの $1/5$

以下であることが好ましい。この程度の細管を流体が通過することにより、プローブアーム 20 部のチューブ 11 と細管の間の接続部で流れ場が変わって抵抗が発生するため、脈動のエネルギーの散逸に効果を有する。装置上実装上の都合によりチューブの可動範囲を広くする必要がある場合には、少なくとも面積比が  $4/5$  以下で長さ比が  $1/10$  以下であれば、径が異なることによる接続部を含むチューブおよび細管部の過大な変形を抑えられ、かつ脈動との共振を発生しにくくすることができる。

#### 【0019】

また、管が細くなると圧力損失は増大するため、流体の静圧が飽和蒸気圧以下になりキャビテーションが発生して分注精度を低下するおそれがある。流体の静圧は、流量および流体系の形状によって定まってくるので装置によって異なるが、チューブ 11 断面積の  $1/100$  以上、長さの  $1/1000$  以上であることが好ましい。これにより、圧力損失の必要以上の増大を防ぐことができる。装置上分注速度を上げるために非常に高圧で吸引、吐出しなければならないときは断面積の変化する箇所ですらに圧力損失が発生する可能性があるが、断面積比が  $1/5$  以上、長さ比が  $1/500$  以上であれば接続部の流れを変化することができ、十分ではないがある程度の効果を得ることができる。

#### 【0020】

図 2 は、本実施例の化学分析装置の構成を示す全体概略図である。本化学分析装置は、一例として、上部開口部を有する複数の反応容器 102 と、前記開口部より試料及び試薬を供給する供給機構である分注機構 107、108 と、反応中あるいは反応が終了した前記試料の物性を計測する計測手段として測光機構 110 を備えた化学分析装置について説明する。

#### 【0021】

具体的には、主に反応容器 102 を格納する反応ディスク 101 と、反応ディスク 101 に格納されている反応容器の恒温状態を保つ為の恒温槽 114 と、試料容器 104 を収納する試料用ターンテーブル 103 と、試薬ボトル 106 を格納する試薬用ターンテーブル 105 と、試料、試薬をそれぞれ反応容器に分注するサンプリング分注機構 107 と、試薬分注機構 108 と、分注された試料と試

薬を反応容器内で攪拌する攪拌機構 109 と、反応容器内の混合物質の反応過程、及び反応後の吸光度を測定する測光機構 110 と、検査(測光)が終了した後に反応容器を洗浄する洗浄機構 111 とより構成される。これらの各構成要素は、検査を開始する前に予めコンソール 113 より設定された情報(分析項目、分析を行う体積)に基づいて、自動的にコントローラ 112 より作成されるプログラムに従って動作する。

#### 【0022】

以上のような構成において、本化学分析装置の動作の実施例を説明する。

プローブ 10 はプローブアーム 20 とプローブアーム 21 が回転と上下運動をすることによって試料が入っている試料カップ 104 や試薬が入っている試薬ボトル 106 に浸漬された後、コントローラ 112 によってプランジャ 31 が下降移動をし、試料をプローブ 10 内に吸引する。引き続いて再びプローブアーム 20 とプローブアーム 21 が回転と上下運動をして反応容器 102 上に移動したのち、プランジャ 31 が上昇移動をし、プローブ内の試料や試薬を反応容器 102 内に吐出する。

#### 【0023】

これにより化学分析装置によるプローブとチューブとシリンジポンプからなる吐出機構において、吐出開始時点の過渡的な状態において発生する問題を抑制できる。すなわち、プランジャの吐出の初期動作においてプランジャが急激に移動することによって水撃が発生し、図 3 のように、最初の段階として、その衝撃力によってプローブ内にある高圧の微量液が急激に大気開放されるときに、微量液のプローブ先端での静止状態の表面張力が強いために高圧で送液されても吐出には至らないために液の体積が急増する場合がある。このとき、吐出される液の容量は水撃により初期値において急増し、プランジャの移動による体積変化を忠実に反映してはいないため、分注精度の低下を本実施形態をとることにより抑制できる。

#### 【0024】

次の段階として、プローブ先端での液の体積が急増している間に圧力のオーバーシュートが発生するため、その「より戻し現象」として圧力が急激に低下し、

そのとき送液している液量が低下するためプランジャ先端での吐出液の径が節のように細くなり、場合によっては液切れが発生し、切れた液滴が周囲に飛び散ることを抑制できる。またこのとき、吐出される液の容量は「より戻し」においては急減するために、プランジャの移動による体積変化を忠実に反映してはいないことによる分注精度が低下することを抑制することができる。

#### 【0 0 2 5】

また、液が飛散して測定容器以外の個所の場合には吐出される液が減少することになり、分注精度が低下することや、切れた液が周囲に飛散して装置を汚染することを抑制できる。

#### 【0 0 2 6】

また、本実施例の形態を用いない化学分析装置によるプローブとチューブとシリンジポンプからなる吐出機構では、吐出終了時の過渡的な状態において、プランジャが急停止するために急激に圧力が低下し、したがって流量が低下することがある。このとき、図4のように吐出される液に径の細い節の部分が生じるため液切れが発生し、切れた液滴が周囲に飛散する恐れがある。また、切れた節側の液が急速に拘束力を失うために不安定な挙動をし、場合によってはプローブ先端に回り込んで付着する。プローブは吐出後に上下動作および回転動作をして移動するため、このとき付着した液がプローブの移動と共に飛散するおそれがあった。また、プローブ外側には回り込まないものの、表面張力によって先端から突出した状態で残留する場合があるが、この場合も突出した液がプローブの移動と共に飛散する可能性がある。本実施形態を採用することによりこのような可能性を抑制した分析装置を構成することができる。また、液切れが発生する個所は吐出される試料もしくは試薬の持つ粘性や濡れ性などの物性に大きく依存するために吐出の度に異なることが多いが、本実施形態によりこのような吐出量に変化して分注精度が低下するおそれを抑制することができる。

#### 【0 0 2 7】

この吐出開始時と終了時に発生する問題は、分注速度を高速化しようとした際にさらに問題となる。このため、本実施形態は高速に分注する機構を備えた分析装置を構成するのに好適である。例えば、高速に吐出させるときプランジャの急

停止による撃力はさらに大きくなり、液切れによって液が飛散する可能性がより高くなり、分注精度が大きく下がる問題がある。

#### 【0028】

このときの過渡的な圧力変動は図5 (a)、(b) のようになる。本実施形態を採用しない比較例による実施例を破線にて、本実施例で示す構成を使用した場合を実線にて示す。このとき圧力は図のようにオーバーシュートとその「より戻し」のような水撃現象を示し、発明が解決しようとする課題において前述した通り、液が過剰量に吐出され、さらには液切れなどの課題を発生する。

#### 【0029】

本実施例では、プローブやチューブに規格品を使用するなどして変更点を少なくしようとした場合であっても、流体抵抗を発生させる部分を圧力源であるシリンジポンプ付近に集中させることができる。この場合、オリフィスを設置する方法等も考えられるが、簡易に細管を挿入する形態が望ましい。本実施例では、長さ10mm、内径1mmの細管を挿入した。この内径は、プローブアーム20などの他のチューブ径1.5mmに対する断面積の制限以内なので、圧力の波形は図5 (a)、(b) 中の実線のようになり、オーバーシュートとその「より戻し」のような水撃の影響が弱まり、過剰量の吐出が抑えられ、液切れが生じにくいようになっている。また、他の実施形態を図6に示す。図6の実施形態は、基本的には前述の図1等と同様の構成を有することがきるが、前記の抵抗部12の代わりに、図6の形態ではプローブアーム20とシリンジポンプ30との間に位置する配管に、プローブアーム20におけるチューブ11の断面積より大きい断面積を有する拡大領域を有する点が特徴である。このようなチューブのシリンジポンプとの接続部に配置された一定容量の容積部としては、これに限定されるものではないが、内径5mm、長さ10mm程度の管を接続することができる。

#### 【0030】

具体的には、拡大領域である容積部の断面積は、プローブアーム20におけるチューブ11断面積の101/100倍以上、長さの1/1000倍以上であれば良く、さらに断面積は5/4倍以上、長さは1/500倍以上あることが好ましい。これは、流体のもつ振動のエネルギーをその容量に吸収させて散逸させること



ができる最低の容量であるからである。また、例えば上限としては、容積部内にシリンジポンプからの圧力変動が伝播して流体系の応答性を低下させないために断面積が10倍以下、長さが1/5以下、さらに断面積が2倍以下、長さが1/10以下であることがこのましい。これにより、流体系で消費する純水の量を節約できる。設置場所は、プローブ先端から脈動の波長の1/4倍の距離で、さらにシリンジ部近くであることが望ましい。

#### 【0031】

他の実施形態を図7に示す。図7の実施形態は、基本的には前述の図1等と同様の構成を有することがきるが、前記の抵抗部12や容積部13の代わりに、図7の形態ではプローブアーム20とシリンジポンプ30との間に位置する配管に、弾性部14を設ける点が特徴である。具体的にはプローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管に、前記プローブより引張弾性率が低く、引張弾性率が100~3000 kgf/cm<sup>2</sup>の範囲の剛性を有する材料から構成された弾性領域を有することが好ましい。

#### 【0032】

弾性部14としては、引張弾性率が100~3000 kgf/cm<sup>2</sup>の範囲の剛性を有する樹脂製チューブの弾性管を挿入することが望ましい。例えば、引張弾性率160kgf/cm<sup>2</sup>、長さ50mm程度のタイゴン製チューブの挿入は好ましい。チューブ11はポリフッ化エチレン（ポリテトラフルオロエチレン）製の引張弾性率が3500kgf/cm<sup>2</sup>程度の比較的剛性の高い樹脂チューブであり、シリンジポンプの水撃および脈動のエネルギーがそのままプローブ先端まで伝播することになり、分注液の過剰量の吐出、および液切れを発生しやすい。そのため、引張弾性率が3000 kgf/cm<sup>2</sup>以下の弾性管を挿入することにより、挿入した弾性管に圧力が伝播するとき弾性管が変形し、水撃および脈動の圧力が弾性管の変形に消費される効果が得られる。また、弾性管の弾性率の下限としては、例えばシリコンチューブなど引張弾性率が60kgf/cm<sup>2</sup>程度の比較的剛性の低い樹脂チューブの場合、吐出時の高圧がかかるとチューブが扁平形状になるなどの大変形を生じる。極端な場合はチューブがつぶれてしまい、流体が流れなくなる場合もあるため、引張弾性率が100kgf/cm<sup>2</sup>以上であることが望ましい。

**【0033】**

なお、前記弾性領域はプローブ先端から脈動の波長の1/4倍の距離の位置或いはその整数倍の領域を含むことが好ましい。

**【0034】**

このように、チューブの途中に前記弾性管を挿入したことにより、ポンプの送液中に発生する脈動のエネルギーが散逸する効果がえられるため、吐出口での脈動を低減することができ、水撃+分注精度向上できる。このように、プローブとシリンジポンプをつなぐ細管の途中に、特にシリンジポンプと細管の接続部付近に流体抵抗部を設けたことにより、吐出開始時の水撃の影響が小さくなるので、分注精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。

また、プローブとシリンジポンプをつなぐ細管の途中に、特にシリンジポンプと細管の接続部付近に一定容積部を設けたことにより、吐出終了時における水撃の影響が小さくなり、分注精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。

**【0035】**

また、プローブとシリンジポンプをつなぐ細管の途中に、特にシリンジポンプと細管の接続部付近に一定弾性部を設けたことにより、吐出終了時における水撃の影響が小さくなり、分注精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。他の実施形態を図8に示す。図8は、本化学分析装置における一実施例を示す概略図である。プローブ10はプローブアーム20に固定され、アーム回転棒21によって回転および上下運動する。チューブ11にはコントローラ112によってコントロールされるバルブ14を介して高分解能シリンジポンプ部40と低分解能シリンジポンプ部41が配管されている。高分解能シリンジポンプ部40では、プランジャ401をパルスモータ402によってベルトやラックーピニオンなどの伝達機構403を介して移動する。パルスモータ402はコントローラ112によって制御される。低分解能シリンジポンプ部41では、プランジャ411をパルスモータ412によってベルトやラックーピニオンなどの伝達機構413を介して移動する。パルスモ-

タ 4 1 2 はコントローラ 1 1 2 によって制御される。ここで挙げる分解能の高いシリンジポンプとしては、例えばこれに限定されないが、ユニフローズ社の吐出分解能は 0.02 $\mu$ L/P と小さいペンシル型ポンプ等がある。低分解能シリンジポンプとしては、0.1 $\mu$ L/P 程度のものを使用できる。プローブ 1 0 にはチューブ 1 1 を介してポンプとして例えばシリンジポンプ 3 0 が配管されている。チューブ 1 1 とシリンジポンプ 3 0 の接続部に径の細い管による抵抗部 1 2 を接続している。チューブ中には純水などのシステム水が作動流体として充填されている。

#### 【0036】

このように、本実施例の形態は、プローブ 1 0 に連絡し、プローブアーム 2 0 に形成されたチューブ 1 1 を経て連絡する高分解能の第一のポンプであるシリンジポンプ 4 0 を備え、一方、プローブアーム 2 0 の上流側のチューブ 1 1 に分岐部である切り替えバルブ 1 4 を介して低分解能の第二のポンプであるシリンジポンプ 4 1 を備えている。そして、これらのポンプをプローブ 1 0 からの吐出流量に応じて使い分ける。具体的に例えば、シリンジポンプ 4 1 を駆動してプローブ 1 0 から第一の流量の液を吐出し、シリンジポンプ 4 0 を駆動して第一の流量より多い第二の流量の液を吐出するよう制御するものである。

#### 【0037】

本実施形態の、本化学分析装置の動作の実施例を具体的に以下説明する。

プローブ 1 0 によって試薬や試料が吸引され、吐出される基本的な動作は、第 1 の実施例で示した通りである。ここで、分注量が少ないときなどは流量が少なくて良い場合は、高分解能シリンジポンプ 4 0 を使用する。分注量が多いなど流量が多い場合は、低分解能シリンジポンプ 4 1 を使用する。この 2 つのシリンジポンプ部の切り替えはバルブ 1 5 によって行う。

#### 【0038】

高分解能シリンジポンプは、起動時には低速に、一定時間経過後には高速に駆動する。このときの過渡的な圧力変動は図 9 のようになる。流量が少ない場合に低分解能シリンジポンプを使用する場合を比較例として破線にて、本実施例で示す高分解能シリンジポンプを使用した場合を実線にて示す。低分解能シリンジポンプを使用した場合、1 回のパルス毎の吐出量が大きいために低速で駆動しても

高流量となってしまう水撃現象として液が過剰量に吐出され、このとき圧力は図 10 の破線のようにオーバーシュートを示す。しかし、高分解能シリンジポンプを使用することにより1回のパルス毎の吐出量が小さいために低速で駆動すれば実際に低流量での送液が可能となり、図 10 の実線のようにオーバーシュートが抑制されていることがわかる。また、オーバーシュートからの「より戻し現象」による液切れを発生する圧力の急激な低下が抑えられる。

#### 【0039】

また、吐出途中の定常的な状態において、吐出圧がパルス的に変化することによって生じる圧力及び流量の脈動が生じる対策に関して本発明者らは検討を行った。脈動が発生する場合、図 9 のように、吐出開始時の水撃が発生する場合と同様に、プローブから吐出された試料もしくは試薬には節の部分と腹の部分が生じ、節の部分と腹の部分の境目の曲率に変化する個所で液の切れが発生しやすく、切れた液が周囲に飛散して装置を汚染するおそれがあることを見出した。また、液が飛散して測定容器以外の個所の場合には吐出される液が減少することになり、分注精度が低下するおそれがあることを見出した。

#### 【0040】

または、吐出分解能の高いポンプによりプローブ 10 から液の吐出を開始した後、吐出分解能の低いポンプによりプローブ 10 から液の供給を開始するよう制御することが好ましい。たとえば、吐出分解能の高いポンプをプローブ 10 からの液吐出初期動作に駆動させ、その後に吐出分解能の低いポンプ側に切り替える。または、更に、吐出分解能の低いポンプでの運転後、液の終了時に再度吐出分解能の高い側に切り替えて液を吐出することが好ましい。吐出途中の定常的な状態において、本実施形態のようにポンプの切り替えを行うと分解能が低いために発生していた大きな脈動が抑えられるので、プローブから吐出された試料もしくは試薬に形成される節の部分と腹の部分の間の長さのいわば脈長が短くなり腹の部分と節の部分の切れ目が顕著になりにくくなるので液の切れが発生しにくくすることができる。

#### 【0041】

一般にパルスモータ駆動による高分解能シリンジポンプにおいては、流量を挙

げるためにパルスモータの駆動周波数を増大させるとモータが駆動周波数に追従できなくなって動作不能となり吐出ができなくなる恐れがある。そこで、本実施例のように高流量の場合はバルブを切り替えて低分解能シリンジポンプを使用することにより全体効率を高めることができる。図 1 1 に低分解能ポンプを、高流量すなわち高周波数で駆動した場合と、低流量すなわち低周波数で駆動した場合での、定常状態における吐出圧力の波形を示す。低分解能シリンジポンプを低周波でパルスモータを駆動することになるが、このときは一回のパルスでプランジャが移動して流量が増加して圧力が上がっても次に与えられるまでのパルス間隔が長いため流量が低下してしまい圧力が低下してしまため、圧力の振動が大きくなる。しかし、高周波数にした場合、パルス間隔が短くなるため流量が十分に低下する前に次のパルスが与えられるため、圧力の振動も低くなる。したがって液切れ等を発生しにくくなる。

#### 【 0 0 4 2 】

このように、低流量時は高分解能シリンジポンプによって送液することにより、吐出開始時においても、吐出開始時の水撃の影響を小さくして、分注精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。

#### 【 0 0 4 3 】

また、低流量時は高分解能シリンジポンプによって送液し、その後低分解能シリンジポンプによって相液するので、吐出途中経過時の定常状態における圧力および流量の脈動が小さくなるので、分注精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。

#### 【 0 0 4 4 】

また、低流量時は高分解能シリンジポンプによって送液することにより、吐出終了時における水撃の影響が小さくなるので、分注精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。

#### 【 0 0 4 5 】

また、低流量時は高分解能シリンジポンプを初期動作と終了動作において遅く動作させることにより、吐出終了時における水撃の影響が小さくなるので、分注

精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。

#### 【0 0 4 6】

また、大流量時はバルブを切り替えることにより低分解能シリンジポンプを動作させ、このとき吐出途中経過時の定常状態における圧力および流量の脈動が小さくなるので、分注精度が高く、さらに試料および試薬の飛び散りがない化学分析装置を提供することが可能となる。

#### 【0 0 4 7】

##### 【発明の効果】

本発明により、従来技術の少なくとも一つの課題の解決に寄与でき、液滴の飛散を抑制できる高分注精度の化学分析装置を提供することができる。

##### 【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の一実施例を示す概略図である。

【図 2】 本発明の一実施例を示す概略図である。

【図 3】 比較例の場合を示す説明図である。

【図 4】 比較例の場合を示す説明図である。

【図 5】 比較例の場合と本実施例の場合を示す説明図である。

【図 6】 本発明の一実施例を示す概略図である。

【図 7】 本発明の一実施例を示す概略図である。

【図 8】 本発明の一実施例を示す概略図である。

【図 9】 比較例の場合と本実施例の場合を示す説明図である。

【図 1 0】 比較例の場合を示す説明図である。

【図 1 1】 本発明の一実施例を示す説明図である。

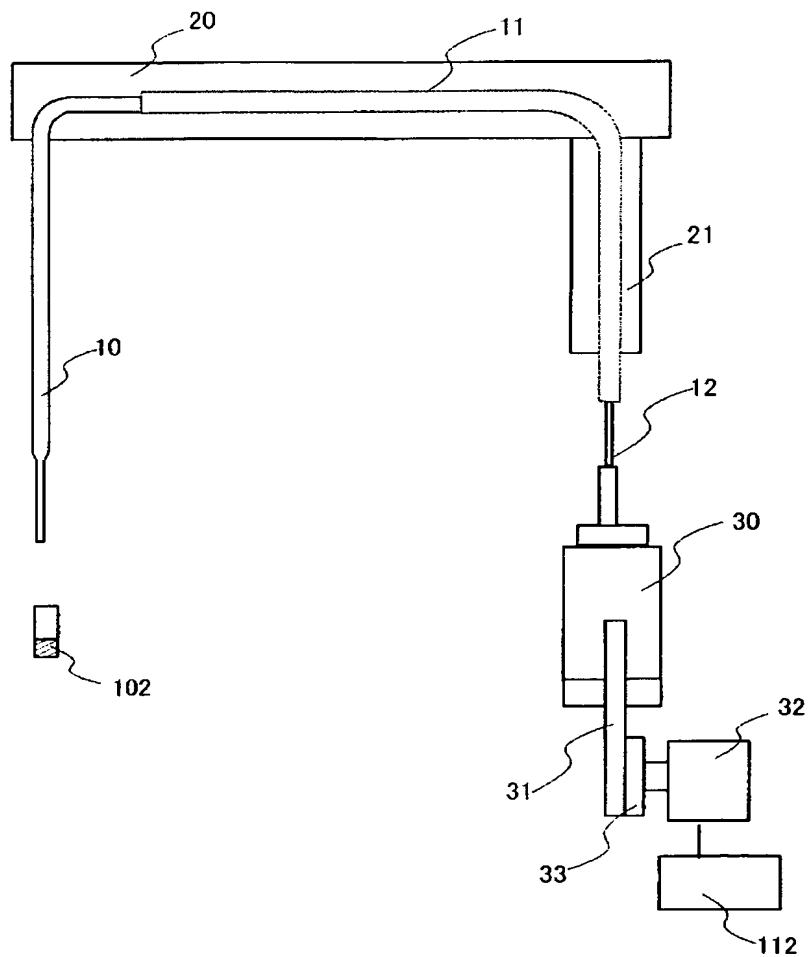
##### 【符号の説明】

1 0…プローブ、1 1…内側配管系、1 2…シリンジポンプ1 0、プローブアーム 2 0、アーム回転棒 2 1、チューブ 1 1、シリンジポンプ 3 0、抵抗部 1 2、プランジャ 3 1、パルスモータ 3 2、伝達機構 3 3、パルスモータ 3 2、コントローラ 1 1 2、測定容器 1 0 2。

【書類名】 図面

【図 1】

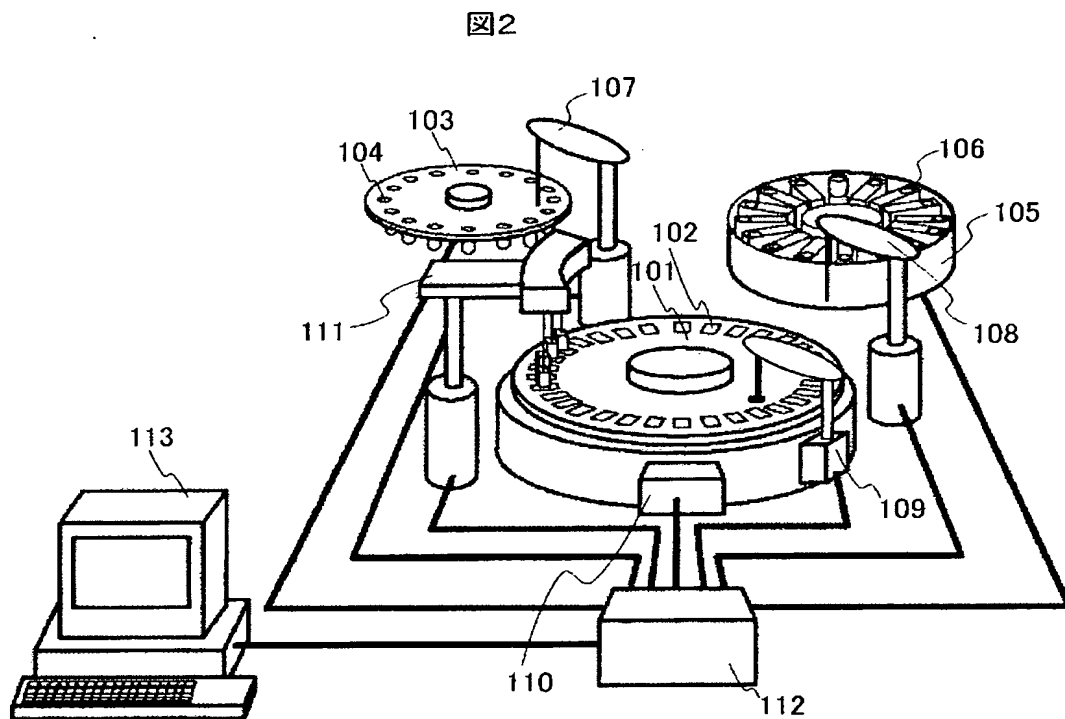
図 1



10…プローブ  
11…チューブ  
12…抵抗部  
20…プローブアーム  
21…アーム回転棒

30…シリンジポンプ  
33…伝達部  
31…プランジャ  
32…パルスモータ  
112…コントローラ

【図 2】

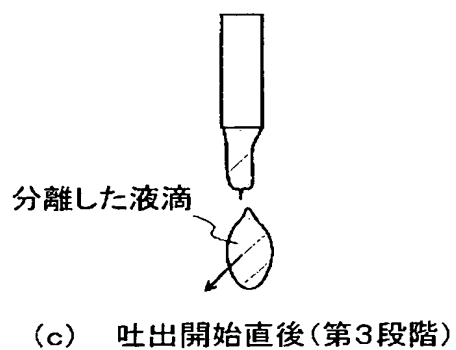
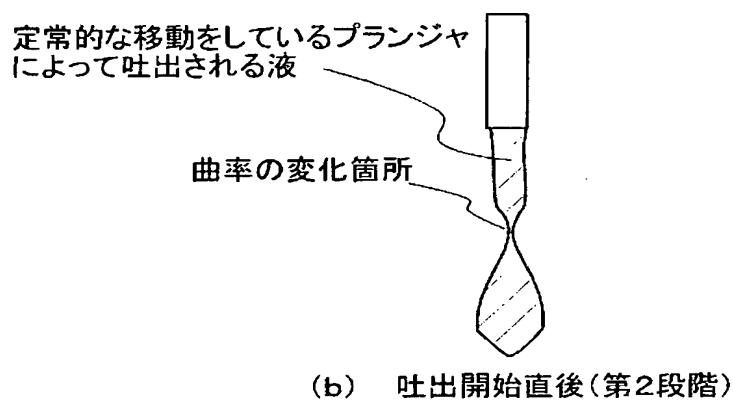
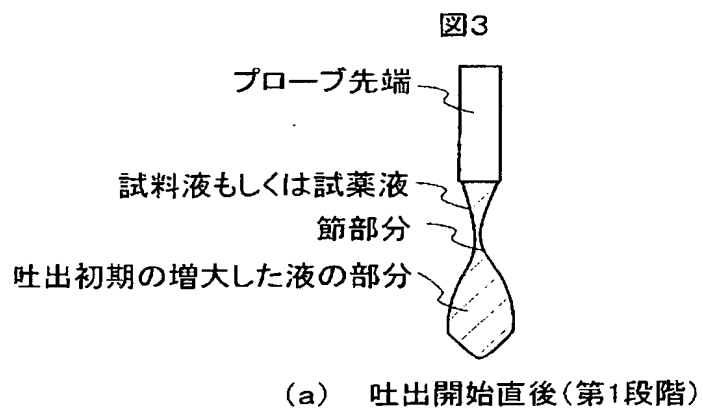


101...反応ディスク  
102...反応容器  
103...試料用ターンテーブル  
104...試料カップ  
105...試薬用ターンテーブル  
106...試薬ボトル  
107...試料分注機構

108...試薬分注機構  
109...攪拌機構  
110...測光機構  
111...洗浄機構  
112...コントローラ  
113...コンソール  
114...恒温槽

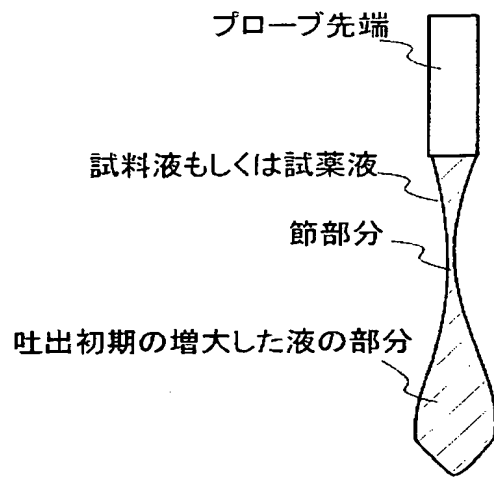


【図 3】

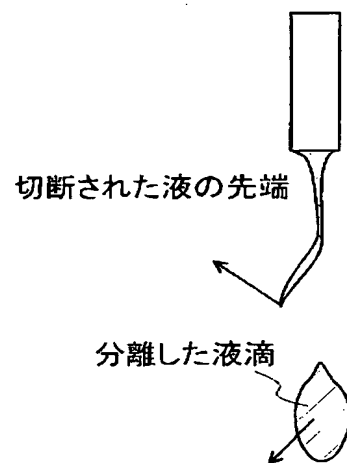


【図 4】

図4



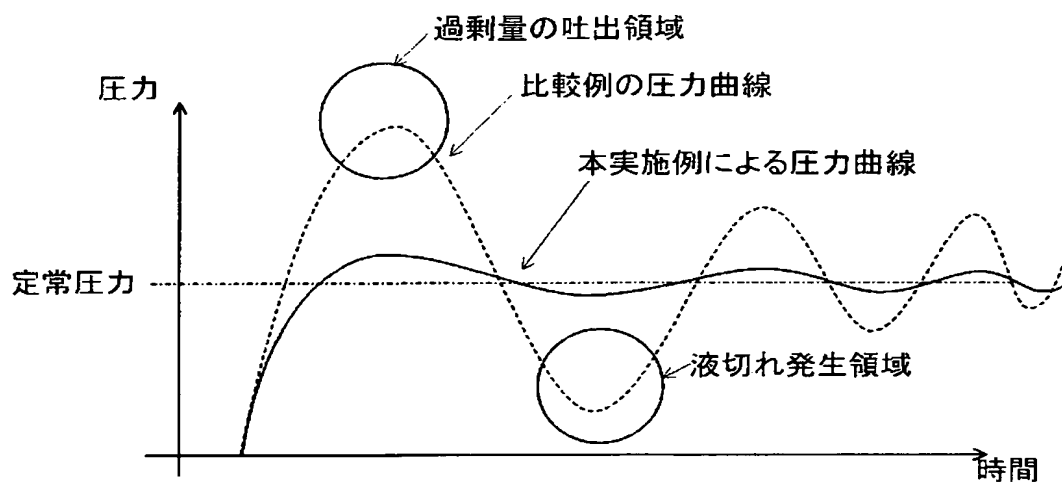
(a) 吐出停止直後(第1段階)



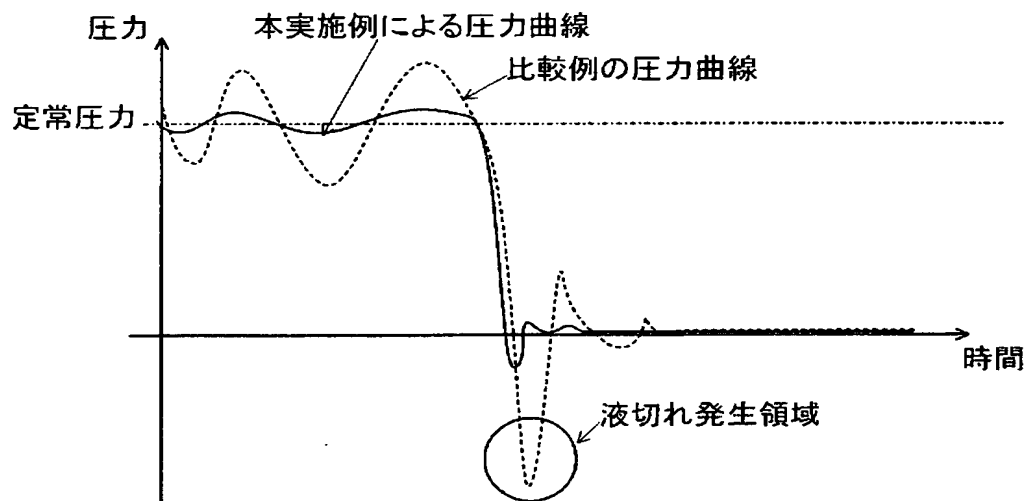
(b) 吐出停止直後(第2段階)

【図 5】

図5



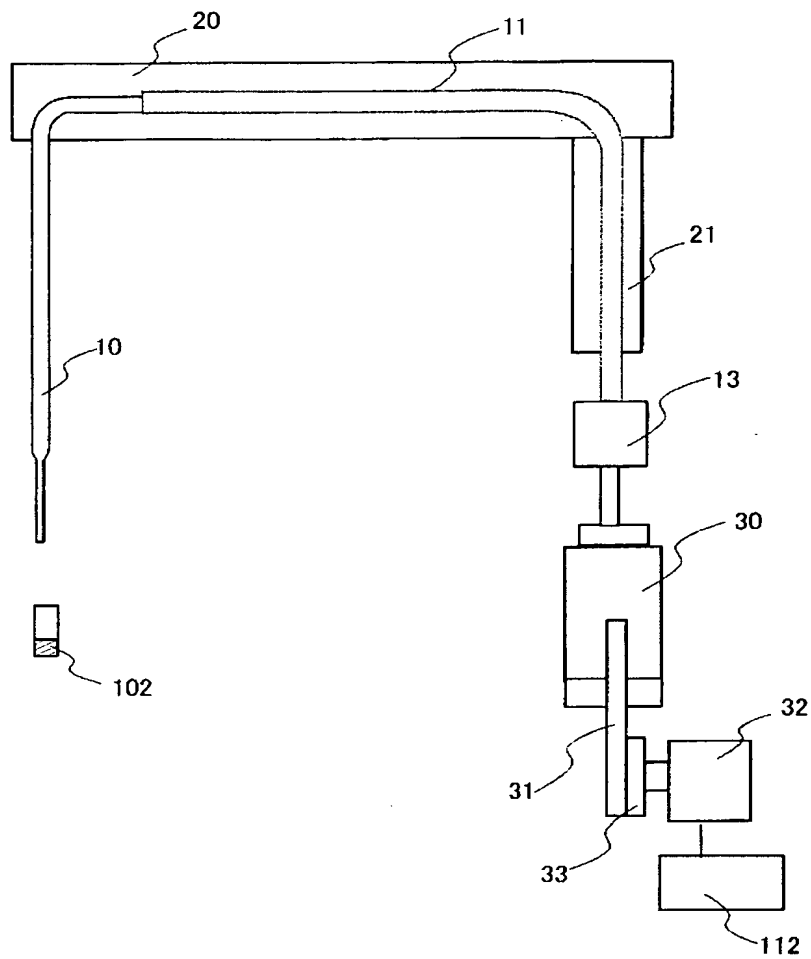
(a) 吐出開始時



(b) 吐出終了時

【図 6】

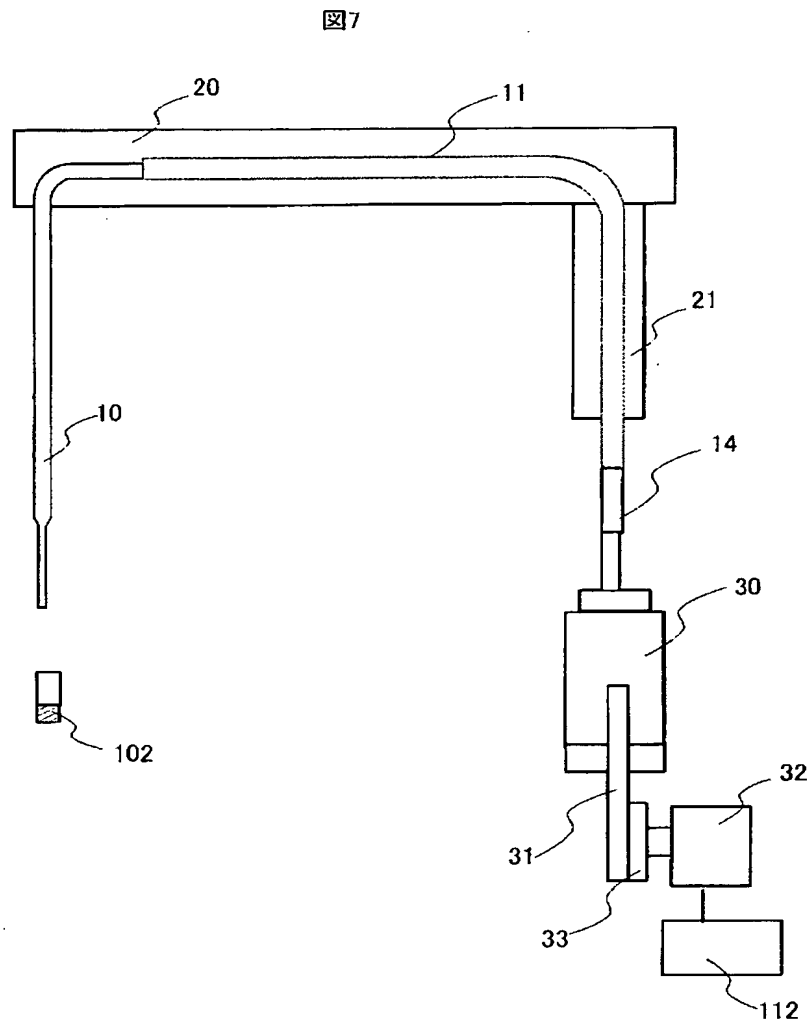
図6



10...プローブ  
11...チューブ  
13...一定容積部  
20...プローブアーム  
21...アーム回転棒

30...シリンジポンプ  
33...伝達部  
31...プランジャ  
32...パルスモータ  
112...コントローラ

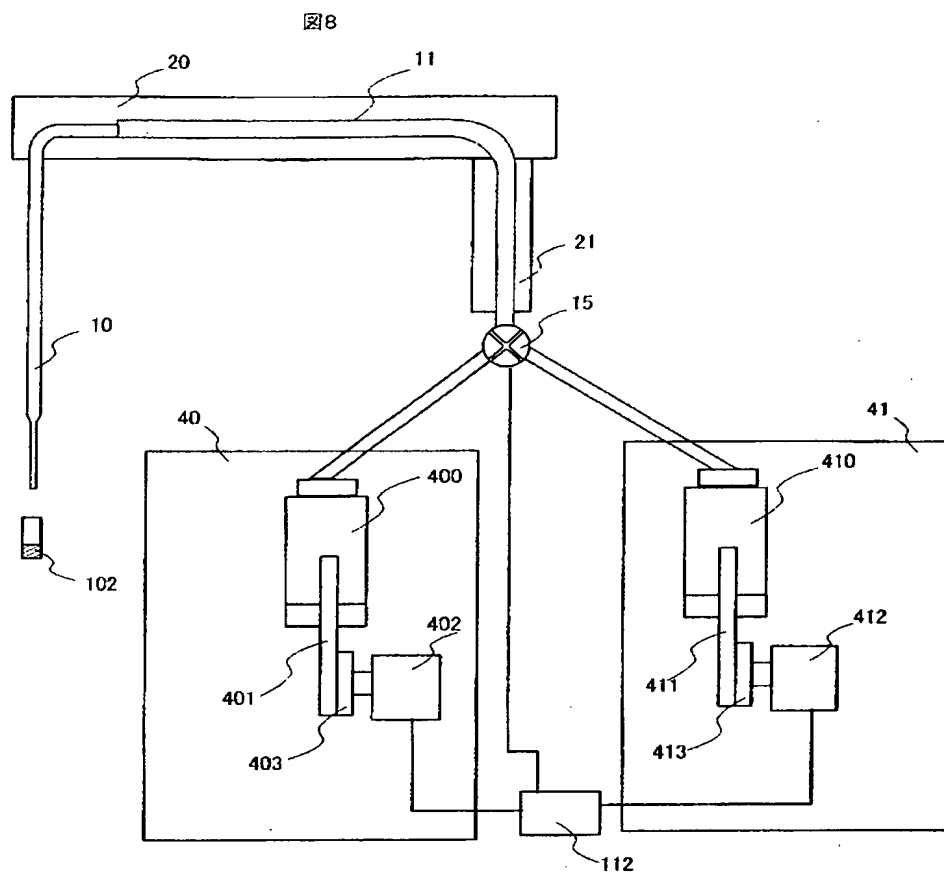
【図 7】



10…プローブ  
11…チューブ  
14…弾性部  
20…プローブアーム  
21…アーム回転棒

30…シリンジポンプ  
33…伝達部  
31…プランジャ  
32…パルスモータ  
112…コントローラ

【図 8】

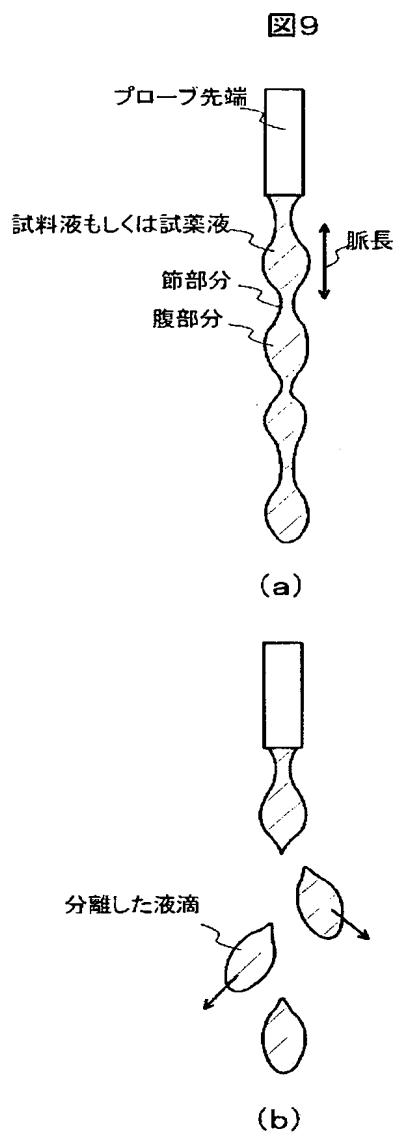


10…プローブ  
11…チューブ  
14…一定容積部  
20…プローブアーム  
21…アーム回転棒

40…高分解能  
シリンジポンプ部  
400…シリンジポンプ  
403…伝達部  
401…プランジャ  
402…パルスモータ  
112…コントローラ

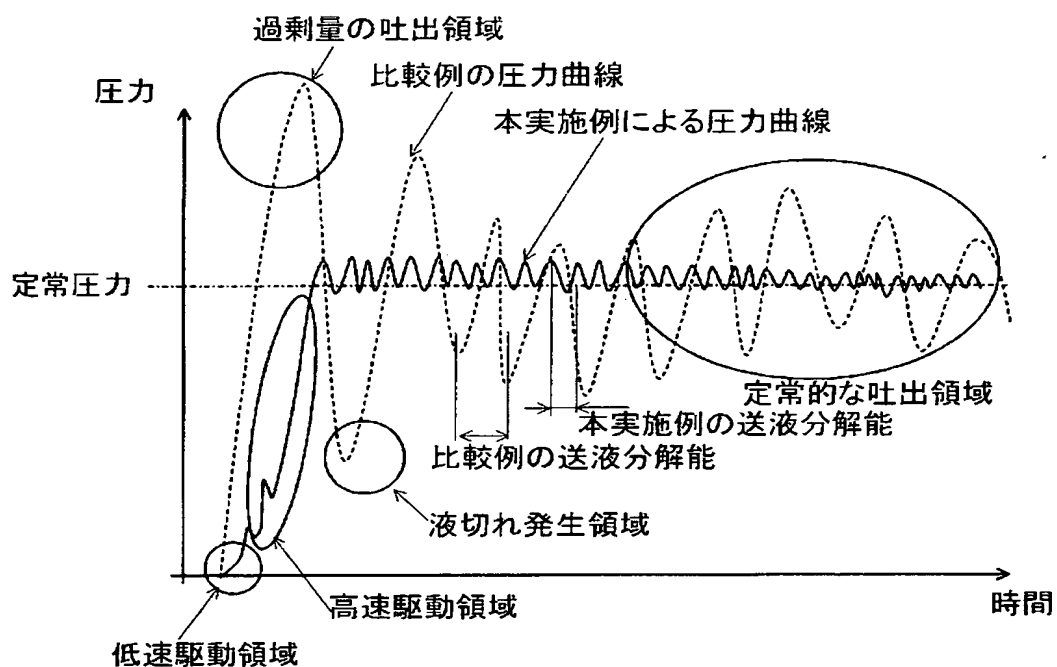
41…低分解能  
シリンジポンプ部  
410…シリンジポンプ  
413…伝達部  
411…プランジャ  
412…パルスモータ

【図 9】

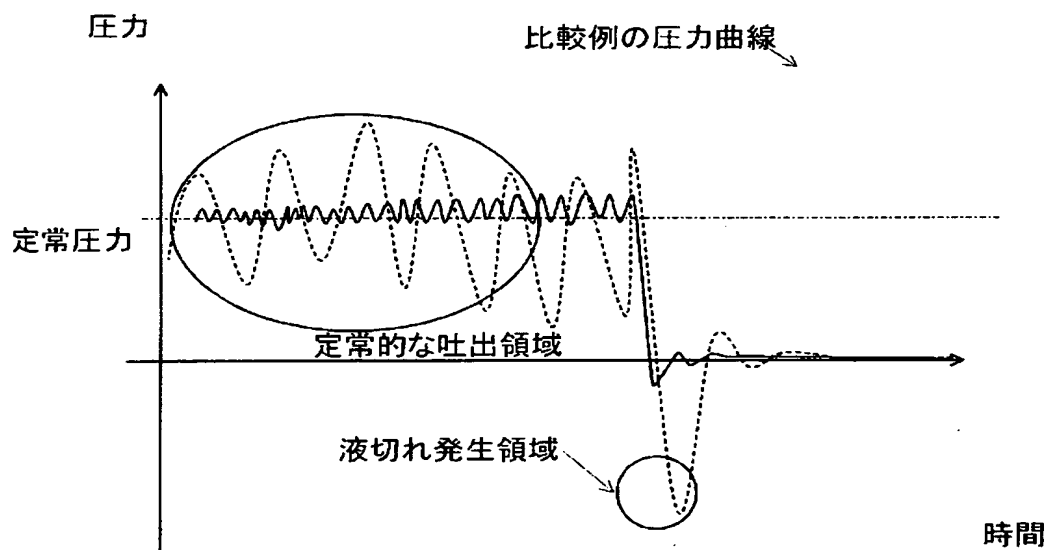


【図10】

図10



(a) 吐出開始時

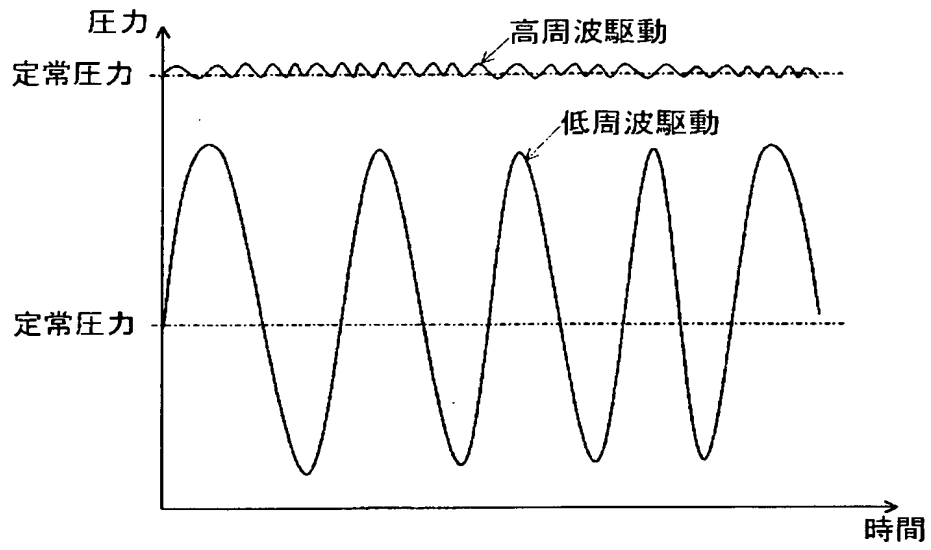


(b) 吐出終了時



【図 11】

図 11



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

液滴の飛散を抑制できる高分注精度の化学分析装置を提供する。

【解決手段】

試薬容器と、試料容器と、前記試薬及び前記試料が供給される反応容器と、前記試薬を前記反応容器に供給する試薬供給機構と、前記試料を前記反応容器に供給する試料供給機構と、を備え、前記試薬供給機構或いは前記試料供給機構の少なくとも一方は、液を吸排するプローブ部と、前記プローブ部に連絡し、前記プローブ部を前記試薬容器或いは前記試料容器と前記反応容器とに移動させるプローブアーム部と、前記プローブ部から前記プローブアーム部を経て連絡する配管が接続されるポンプと、を有し、前記プローブアーム部と前記ポンプ部との間に位置する前記配管に、前記プローブアーム部における前記配管の断面積より小さい断面積を有する細部領域を有することを特徴とする化学分析装置。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 2 7 7 5 2
受付番号	5 0 3 0 0 1 8 0 1 2 6
書類名	特許願
担当官	塩原 啓三 2 4 0 4
作成日	平成 1 5 年 3 月 2 5 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年 2月 5日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 2 7 7 5 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 5 0 1 3 8 7 8 3 9 ]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 1 0 月 3 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区西新橋一丁目 2 4 番 1 4 号

氏 名

株式会社日立ハイテクノロジーズ